

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-176622

(43)公開日 平成9年(1997)7月8日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 3/18	1 0 4		C 0 9 K 3/18	1 0 4
C 0 8 K 5/05			C 0 8 K 5/05	
C 0 8 L 83/06	L R S		C 0 8 L 83/06	L R S
83/08			83/08	
C 0 9 D 5/00	P P G		C 0 9 D 5/00	P P G

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 5 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願平7-336381	(71)出願人	000221111 東芝シリコン株式会社 東京都港区六本木6丁目2番31号
(22)出願日	平成7年(1995)12月25日	(71)出願人	000003997 日産自動車株式会社 神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地
		(72)発明者	砂賀 健 東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコン株式会社内
		(72)発明者	中村 一郎 神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産自動車株式会社内
		(74)代理人	弁理士 古谷 馨 (外3名) 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 撥水剤組成物

(57)【要約】

【課題】 加熱することなく室温で処理ができ、撥水性の持続性と水滴の落下性に優れた撥水性を付与することができ、降雨時も良好な視界が得られる自動車のウィンドウガラス用の撥水剤組成物を提供する。

【解決手段】 (A) アルコール 100重量部、(B) 特定のフルオロアルキル基含有アルコキシシラン0.01~5.0重量部、(C) 特定の両末端硫酸基含有オルガノシロキサン及び(D) 加水分解触媒 0.001~0.1重量部を含有する撥水剤組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】(A) アルコール 100重量部

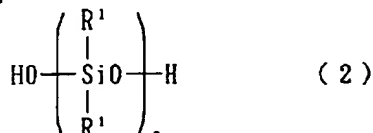
(B) 一般式



(式中、R は1価の炭化水素基、X はアルコキシ基、m は5～9の整数、p は0～2の整数を表す)で示される化合物0.01～5.0 重量部

(C) 一般式

【化1】



(式中、R<sup>1</sup>は1価の炭化水素基、q は5～50の数を表す)で示される化合物0.01～5.0 重量部

(D) 加水分解触媒 0.001～0.1 重量部

を含有する撥水剤組成物。

【請求項2】前記(A) 成分のアルコールがエタノール又はイソプロピルアルコールである請求項1記載の撥水剤組成物。 20

【請求項3】前記(B) 成分中のR がメチル基である請求項1記載の撥水剤組成物。

【請求項4】前記(B) 成分中のX がメトキシ基又はエトキシ基である請求項1記載の撥水剤組成物。

【請求項5】前記(D) 成分の加水分解触媒が硝酸又は塩酸である請求項1記載の撥水剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【本発明の属する技術分野】本発明は、加熱することなく室温で処理ができ、撥水性の持続性と水滴の落下性に優れた撥水性を付与することができ、降雨時も良好な視界が得られる自動車のウィンドウガラス用の撥水剤組成物に関する。 30

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、ガラスの撥水処理剤としては、ポリジメチルシロキサンをアルコール等の溶媒に分散した組成物が市販されている。しかしながら、これらの組成物は撥水性の持続性が十分でないという問題があり、これに対してフルオロアルキルシラン等を配合した撥水剤組成物が提案されている。例えば、分子鎖長の異なるフルオロアルキル基含有アルコキシシランを2種類以上使用してガラス等の基材上に撥水性被膜を形成する方法(特開平5-96679号公報参照)、フッ素原子を有するシラン化合物をガラス表面に被覆して撥水性を付与する方法(特開平5-96681号公報参照)、フルオロアルキル基含有アルコキシシランなどの撥水剤と二酸化ケイ素を飽和させた珪フッ化水素酸の水溶液との混合物を基材表面に形成させて撥水性を付与する方法(特開平5-97474号公報、同5-9747 50

7号公報、同5-97478号公報参照)、ポリフルオロアルキル基含有シラン化合物または該化合物の部分加水分解縮合物と金属アルコキシドとからなる撥水処理剤(特開昭58-172245号公報、同64-68477号公報、特開平5-345641号公報参照)、パーフルオロアルキル基を含有するオノガノシラゼン共重合体と有機溶剤からなる撥水性を付与する被膜形成剤組成物(特開平5-311121号公報参照)、フルオロアルキルシラン、酸触媒、アルコールおよび水からなる撥水処理剤(特開平5-311156号公報参照)、フルオロアルキルシランと金属アルコキシドとの部分加水分解物、水および酸触媒を含有する撥水処理剤(特開平5-319867号公報参照)などが知られている。しかしながら、これらに示されるフルオロアルキル基含有シランを用いた撥水剤においては、特殊な溶媒を使用する必要がある、加熱処理が必要である、あるいは拭き取りなどの後処理が必要である、などの問題があった。また得られる撥水処理ガラスは水を弾いて水滴を形成し、接触角から評価した撥水性は良好であるが、水滴の処理ガラス面からの落下は必ずしも十分なものではなく、処理ガラスを自動車のウィンドウガラスとして使用する場合、良好な視界を得るためにはさらに改善が望まれていた。

【0003】

【課題を解決するための手段】本発明は、加熱をすることなく室温で処理ができ、持続性に優れた良好な撥水性を付与することができ、降雨時も良好な視界が得られる自動車のウィンドウガラス用の撥水剤を提供することを目的とする。本発明者らは上記問題を解決すべく鋭意研究した結果、フルオロアルキル基含有アルコキシシランを主成分とし、これに両末端水酸基含有オルガノシロキサンを配合し、さらに加水分解触媒およびアルコールを溶剤として使用することにより、良好な特性を有する撥水剤組成物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明の撥水剤組成物は

(A) アルコール 100重量部

(B) 一般式

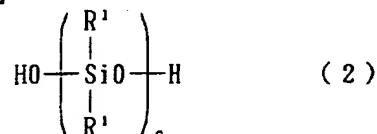


(式中、R は1価の炭化水素基、X はアルコキシ基、m は5～9の整数、p は0～2の整数を表す)で示される化合物0.01～5.0 重量部

(C) 一般式

【0004】

【化2】



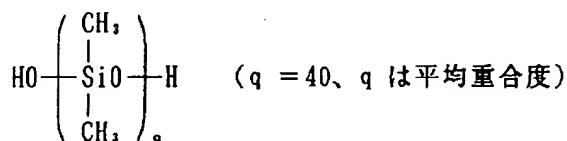
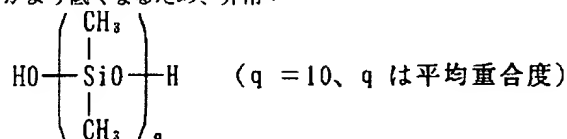
【0005】(式中、R<sup>1</sup>は1価の炭化水素基、q は5～50の整数を表す)で示される化合物0.01～5.0 重量部

(D) 加水分解触媒 0.001~0.1 重量部  
を含有することを特徴とする。

【0006】

【発明の実施の形態】本発明の成分(A) はアルコールであり、組成物の溶媒となるものであり、以下に示す成分(B) と成分(C) および成分(D) を溶解する液状のものであればよく、さらに適度な揮発性を有するものが好ましい。このようなアルコールとしてはメタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、*n*-プロピルアルコール、*n*-ブチルアルコール、*t*-ブチルアルコールなどが例示され、中でもエタノール、イソプロピルアルコールが好ましく、特にイソプロピルアルコールが好ましい。

【0007】本発明の成分(B) は、一般式(1) で示されるフルオロアルキル基含有アルコキシシランである。式中、R は1価の炭化水素基を示し、メチル基、エチル基、プロピル基、ヘキシル基などのアルキル基が例示され、中でも得られる被膜の撥水性が良好なことから、特にメチル基が好ましい。またX はアルコキシ基を示し、メトキシ基、エトキシ基、イソプロポキシ基、*n*-プロポキシ基、*n*-ブトキシ基などが例示され、中でも組成物の硬化性、得られる被膜の撥水性が良好なことからメトキシ基、エトキシ基が好ましく、特にメトキシ基が好ましい。成分(B) のフルオロアルキル基において、*m* は5~9の整数である。*m* が5以上になると、基材に形成される被膜の表面エネルギーがより低くなるため、非常\*



【0010】などが例示される。成分(C) の添加量は、成分(A) の100 重量部に対して0.01~5.0 重量部であり、好ましくは0.1~2.0 重量部である。5.0 重量部よりも多いとフルオロアルキルシランの耐久性が現れにくくなり、ガラス基材との密着性が悪くなり、また0.01重量部よりも少ないと、フルオロアルキル基含有アルコキシシランの性質だけが発現し、基材表面の表面撥水性が強すぎて水滴が表面から落下せず表面に付着するため視界が悪くなる。

【0011】本発明の成分(D) は、成分(A) と成分(B) および成分(C) の加水分解触媒となるものであり、塩酸、硝酸、硫酸、燐酸などの無機酸、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、シュウ酸、スルホン酸、無水酢酸、安息香酸※50

\*に優れた撥水性を示すようになる。また*m* が9より大きくなると、本撥水剤に用いられるフルオロアルキルシランの沸点が高くなり、フルオロアルキルシランの合成上問題がある。また成分(B) において*p* は0~2の整数であり、得られる被膜の撥水性が良好なことから0または1であることが好ましい。成分(B) としては、具体的には、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$ などが例示される。成分(B) の添加量は、成分(A) の100重量部に対して0.01~5.0 重量部であり、好ましくは0.1~3.0 重量部である。5.0重量部よりも多いとガラス基材の表面に処理する場合に均一な塗布が難しくなり、過剰なシラン成分がガラス表面に残るため、拭き取りなどの後処理が必要になり、好ましくない。また0.01重量部よりも少ないと、1度の処理で良好な撥水性を得るのが難しくなる。

【0008】本発明の成分(C) は、一般式(2) で示される両末端水酸基含有オルガノシロキサンである。式中、R<sup>1</sup> は1価の炭化水素基を示し、成分(B) のR と同様な基が例示され、特にメチル基が好ましい。また、成分(C) において*q* は5~50の数であり、好ましくは10~40の数である。成分(C) としては、具体的には

【0009】

【化3】

※などの有機酸などが例示され、良好なポットライフと撥水性が得られることから、塩酸、硝酸が好ましい。

【0012】成分(D) の添加量は、成分(A) の100重量部に対して0.001~0.1 重量部であり、好ましくは0.01~0.05重量部である。0.001重量部よりも少ないと、成分(A) と成分(B) の加水分解速度が不十分のために基材表面に良好な撥水性の被膜が形成されず、0.1 重量部よりも多いと、組成物の良好なポットライフが得られにくくなる。

【0013】本発明の組成物の調製方法は特に制限されず、各成分を加熱還流し加水分解することにより得られるが、一般に成分(D) の加水分解触媒を最後に添加し、組成物を調製する。本発明の組成物の基材への処理方法

も特に制限されず、スプレーコート、ディッピング、ワイピング、刷毛塗り、布拭きなどにより均一に塗布すればよく、加熱などすることなく良好な撥水処理ができる。

#### 【0014】

【発明の効果】本発明の撥水剤組成物は、加熱をすることなく室温で処理ができ、拭き取りなどの後処理もする必要がなく、持続性に優れた良好な撥水性を付与することができるという特徴を有する。本発明の撥水剤を用いて処理したガラスは良好な撥水性を示し、さらに表面に生じる水滴が容易に落下をするため、ガラスの視界が良好に保たれ、特に自動車のウィンドウガラス用の撥水剤として有用である。

#### 【0015】

【実施例】以下に本発明を実施例により詳細に説明する。なお実施例において部は重量部を、%は重量%を示す。

#### 実施例1

イソプロピルアルコール 100部にフルオロシランとしてのヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシラン[ $\text{CF}_3(\text{C} \quad 20$   
 $\text{F}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ] 1.5部を添加して混合し、さらに両末端シロキサンジオールとして $[\text{HO}(\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O})_{10}\text{H}]$  0.5部を添加し、さらに触媒として硝酸水(2.38%水溶液) 0.67部を添加(硝酸量として0.015部)し、80℃で3時間加熱還流を行ない組成物を調製した。得られた組成物にガラス基板を浸漬して塗布し、室温で5分間風乾を行い、撥水処理ガラス板を作成した。この撥水処理ガラス板上に水滴を乗せ、その初期接触角と落下傾斜角を測定装置(協和科学(株)製、CA-A型)により測定し、撥水性を評価した。また、水滴転がり性は、30°に傾斜させた斜面に撥水処理ガラス板をのせ、水滴が転がり始めた時の水滴量を測定した。結果を表2に示す。

【0016】また、コーティング被膜の耐久性をワイパ\*

\*一摺動耐久性試験により測定した。結果を表2に示す。

〔ワイパー摺動耐久性試験〕ワイパーの押し圧を15g/cmに設定し、水を噴霧しながら2万回摺動しその後30°に傾斜させた斜面に試験後の撥水処理ガラス板をのせ、水滴が転がり始めた水滴量を測定する。

#### 【0017】実施例2～11

表1に示す組成で実施例1と同様に処理剤を調製し、同様に撥水性を評価した。結果を表2に示す。

#### 【0018】比較例1

成分(B)である両末端シロキサンジオールを添加せず、イソプロピルアルコール 100部にフルオロシランとしてのヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシラン[ $\text{C} \quad 10$   
 $\text{F}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ] 2.0部を添加して混合し、さらに触媒として硝酸水(2.38%水溶液) 0.67部を添加(硝酸量として0.015部)し、80℃で3時間加熱還流を行い組成物を調製した。得られた組成物にガラス基板を浸漬して塗布し、室温で5分間風乾を行い、撥水処理ガラス板を作成し、実施例1と同様に撥水性の評価を行った。結果を表2に示す。

#### 【0019】比較例2

フルオロシランとして、ヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシラン[ $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ] 8.0部、両末端シロキサンジオールとして $[\text{HO}(\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O})_{10}\text{H}]$  4.0部としたほかは、実施例1と同様に処理剤を調製し、同様に撥水性を評価した。結果を表2に示す。

#### 【0020】比較例3

フルオロシランとして、ヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシラン[ $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ] 1.0部、両末端シロキサンジオールとして $[\text{HO}(\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O})_{10}\text{H}]$  7.0部としたほかは、実施例1と同様に処理剤を調製し、同様に撥水性を評価した。結果を表2に示す。

#### 【0021】

#### 【表1】

		実 施 例										比 較 例			
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	1	2	3
組 成	$\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	1.5	1.0	0.5	1.5	1.0	1.5	3.0	1.5	0.05	4.0	2.0	8.0	1.0	
	(A) $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_9\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$														
	$\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SiCH}_2(\text{OCH}_3)_3$						1.5								
	(B) $\text{HO}(\text{Si}(\text{CH}_3)_2)_n\text{H}$	0.5	1.0	1.5			0.5	0.5	1.0	0.5	0.05	4.0		4.0	7.0
	$\text{HO}(\text{Si}(\text{CH}_3)_2)_n\text{H}$				0.5	1.0									
	(C) イソプロピルアルコール	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
	(D) 硝酸	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.05	0.015	0.015	0.015	0.015	

添加量は全て重量部である。

#### 【0022】

※ ※【表2】

7

	実 施 例											比 較 例		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	1	2	3
初期接触角	112	110	107	113	108	106	110	113	110	105	110	110	108	100
初期水滴転がり性	25	25	15	25	20	25	25	25	25	25	25	40	30	15
振動後水滴転がり性	40	40	35	40	37	40	40	40	40	40	40	50	50	50

単位 接触角 (°)

水滴転がり性 (μℓ)

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>C09D 183/06  
183/08

識別記号

PMT

片内整理番号

FI

C09D 183/06  
183/08

技術表示箇所

PMT

(72)発明者 甲斐 康朗

神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産  
自動車株式会社内

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-176622

(43)Date of publication of application : 08.07.1997

(51)Int.Cl. C09K 3/18  
 C08K 5/05  
 C08L 83/06  
 C08L 83/08  
 C09D 5/00  
 C09D183/06  
 C09D183/08

(21)Application number : 07-336381

(71)Applicant : TOSHIBA SILICONE CO LTD  
 NISSAN MOTOR CO LTD

(22)Date of filing : 25.12.1995

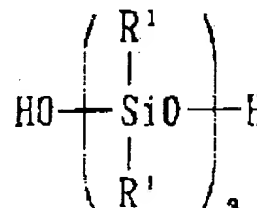
(72)Inventor : SUNAGA TAKESHI  
 NAKAMURA ICHIRO  
 KAI YASUAKI

## (54) WATER REPELLENT COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a water repellent composition excellent in the retentivity of water repellency, the easiness of fall of water drops, etc., by mixing an alcohol with a specified fluorosilane, a siloxane-terminated diol and a hydrolysis catalyst in a specified ratio.

SOLUTION: This water repellent composition is obtained by mixing 100 pts.wt. alcohol (e.g. ethanol) with 0.01-5 pts.wt. compound (e.g. heptadecafluorodecyltrimethoxysilane) represented by formula I (wherein R is a monovalent hydrocarbon group; X is an alkoxy; (m) is 5-9; and (p) is 0-2), 0.01-5 pts.wt. hydroxyl-terminated organosiloxane represented by formula II (wherein R1 is a monovalent hydrocarbon group; and (q) is 5-50) and 0.001-0.1 pt.wt. hydrolysis catalyst (e.g. hydrochloric acid). Glass treated with the obtained water repellent composition shows good water repellency, and water drops formed on its surface can easily fall to keep visibility through the glass good. Therefore, this composition is useful as a water repellent for especially an automotive window glass.



II

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which this invention belongs] Processing of this invention is possible at a room temperature, without heating, it can give the water repellence excellent in water-repellent durability and the fall nature of waterdrop, and relates to the water-repellent constituent for the window glass of the automobile by which a field of view good also at the time of a rainfall is obtained.

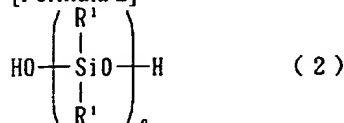
[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, as a water-repellent chemical of glass, the constituent which distributed the poly-dimethyl siloxane to solvents, such as alcohol, is marketed. However, these constituents have the problem that water-repellent durability is not enough, and the water-repellent constituent which blended the fluoro alkyl silane etc. to this is proposed. For example, the technique of forming two or more kinds of water-repellent coats on base materials, such as glass, using the fluoro alkyl group inclusion alkoxysilane from which chain length is different (refer to JP,5-96679,A), How to cover the silane compound which has a fluorine atom on a glass front face, and give water repellence (refer to JP,5-96681,A), the technique (JP,5-97474,A --) of making form in a base-material front face the mixture with the aqueous solution of the \*\* hydrofluoric acid which saturated a water repellent and silicon dioxides, such as fluoro alkyl group inclusion alkoxysilane, and giving water repellence the water-repellent chemical (JP,58-172245,A --) which consists of the partial-hydrolysis condensate and metal alkoxide of a said 5-97477 number official report, referring to the 5-97478 official report, a poly-fluoro alkyl group inclusion silane compound, or this compound said -- 64-68477 JP,5-345641,A reference a number official report -- The coat formation agent constituent which gives the water repellence which consists of a \*\*\*\*\* silazane copolymer containing a perfluoro alkyl group, and an organic solvent (refer to JP,5-311121,A), The water-repellent chemical which consists of a fluoro alkyl silane, an acid catalyst, alcohol, and water (refer to JP,5-311156,A), The water-repellent chemical (refer to JP,5-319867,A) containing the partial hydrolysate of a fluoro alkyl silane and a metal alkoxide, water, and an acid catalyst etc. is known. however, in the water repellent using the fluoro alkyl group inclusion silane shown in these, the heat-treatment which needs to use a special solvent is required -- or -- wiping off -- etc. -- after treatment is required -- etc. -- there was a problem Moreover, although the water repellence which the water-repellent-finish glass obtained flipped water, formed waterdrop, and was evaluated from the contact angle was good, the fall from the processing glass side of waterdrop was not necessarily enough, and when processing glass was used as window glass of an automobile, in order to obtain a good field of view, the improvement was desired further.

[0003]

[Means for Solving the Problem] Processing of this invention is possible at a room temperature, without heating, it can give the good water repellence excellent in durability, and aims at offering the water repellent for the window glass of the automobile by which a good field of view is obtained also at the time of a rainfall. As a result of inquiring zealously that the above-mentioned problem should be solved, this invention persons made fluoro alkyl group inclusion alkoxysilane the principal component, blended the both-ends hydroxyl-group inclusion ORGANO siloxane with this, by using a hydrolysis catalyst and alcohol as a solvent further, find out that the water-repellent constituent which has a good property is obtained, and came to complete this invention. That is, the water-repellent constituent of this invention is (A). Alcohol 100 weight section (B) General formula  $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_m(\text{CH}_2)_2\text{SiR}_p\text{X}_{3-p}$  They are the compounds 0.01-5.0 shown by (1) and (in the hydrocarbon group of 1 \*\*, and X an alkoxy group and m expressing the integer of 5-9, and p expressing [ the inside of a formula, and R ] the integer of 0-2). Weight section (C)

[Formula 2]



[0005] They are the compounds 0.01-5.0 shown by (R1 expresses the hydrocarbon group of 1 \*\* among a formula, and q expresses the integer of 5-50). Weight section (D) Hydrolysis catalyst 0.001-0.1 It is characterized by containing the weight section.

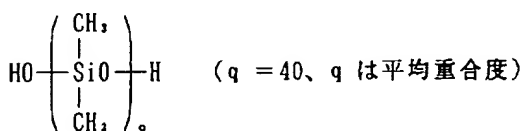
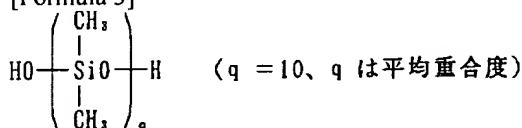
[0006]

[Embodiments of the Invention] Component of this invention (A) Component which is alcohol, serves as the solvent of a constituent and is shown below (B) Component (C) And component (D) What has a still moderate volatility is [ that what is necessary is just the liquefied thing to melt ] desirable. As such alcohol, a methanol, ethanol, isopropyl alcohol, n-propyl alcohol, n-butyl alcohol, t-butyl alcohol, etc. are illustrated, especially, ethanol and isopropyl alcohol are desirable and especially isopropyl alcohol is desirable.

[0007] Component of this invention (B) General formula (1) It is fluoro alkyl group inclusion alkoxy silane shown. The inside of a formula, and R Especially a methyl group is desirable from the water repellence of the coat which the hydrocarbon group of 1 \*\* is shown, and alkyl groups, such as a methyl group, an ethyl group, a propyl group, and a hexyl machine, are illustrated, and is obtained especially being good. Moreover, X An alkoxy group is shown, a methoxy machine, the ethoxy base, an isopropoxy group, n-propoxy group, an n-butoxy machine, etc. are illustrated, since the hardenability of a constituent and the water repellence of the coat obtained are good especially, a methoxy machine and the ethoxy base are desirable, and especially a methoxy machine is desirable. Component (B) In a fluoro alkyl group, m is the integer of 5-9. If m becomes five or more, since the surface energy of the coat formed in a base material will become lower, the water repellence which was very excellent comes to be shown. Moreover, when m becomes larger than 9, the boiling point of the fluoro alkyl silane used for this water repellent becomes high, and there is a synthesis top problem of a fluoro alkyl silane. Moreover, component (B) It sets, it is the integer of 0-2, and since the water repellence of p of the coat obtained is good, it is desirable that it is 0 or 1. Component (B) If it carries out, specifically CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si (OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>7</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si (OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>7</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si (CH<sub>3</sub>) (OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, and CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si (CH<sub>3</sub>) (OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>7</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si (CH<sub>3</sub>) (OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> etc. is illustrated. component (B) an addition -- component (A) 100 weight section -- receiving -- 0.01-5.0 the weight section -- it is -- desirable -- 0.1-3.0 It is the weight section. if [ than 5.0 weight section ] more, when processing on the front face of a glass base material, in order that a uniform application may become difficult and a superfluous silane component may remain in a glass front face -- wiping off -- etc. -- after treatment is needed and it is not desirable Moreover, if fewer than 0.01 weight section, it will become difficult to acquire good water repellence by processing of 1 time.

[0008] Component of this invention (C) General formula (2) It is the both-ends hydroxyl-group inclusion ORGANO siloxane shown. R1 shows the hydrocarbon group of 1 \*\* among a formula, and it is a component (B). R The same base is illustrated and especially a methyl group is desirable. Moreover, component (C) It sets and is q. It is the number of 5-50, and is the number of 10-40 preferably. Component (C) If it carries out, it is specifically [0009].

[Formula 3]



[0010] \*\*\*\* is illustrated. component (C) an addition -- component (A) 100 the weight section -- receiving -- 0.01-5.0 the weight section -- it is -- desirable -- 0.1-2.0 It is the weight section. 5.0 If fewer than 0.01 weight section, if [ than the weight section ] more, the endurance of a fluoro alkyl silane will come to seldom appear, the adhesion with a glass base material will become bad, and only the property of fluoro alkyl group inclusion alkoxy silane is discovered, and in order to adhere to a front face, without the surface water repellence on the front face of a base material being too strong, and waterdrop falling from a front face, a field of view will become bad.

[0011] Component of this invention (D) Component (A) Component (B) And component (C) Since it becomes a hydrolysis



catalyst, organic acids, such as inorganic acids, such as a hydrochloric acid, a nitric acid, a sulfuric acid, and a phosphoric acid, a formic acid, an acetic acid, a propionic acid, oxalic acid, a sulfonic acid, an acetic anhydride, and a benzoic acid, etc. are illustrated and good pot life and good water repellence are acquired, a hydrochloric acid and a nitric acid are desirable.

[0012] Component (D) An addition is a component (A). As opposed to 100 weight section 0.001-0.1 It is the weight section and is 0.01 - 0.05 weight section preferably. It is a component (A) when fewer than 0.001 weight section. Component (B) Since adding-water catabolic rate is inadequate, a good water-repellent coat is not formed in a base-material front face, but it is 0.1. If [ than the weight section ] more, the good pot life of a constituent will become is hard to be obtained.

[0013] Generally especially the manufacture technique of the constituent of this invention is a component (D), although obtained by not being restricted, but carrying out the heating reflux of each component, and understanding an added water part. A hydrolysis catalyst is added at the end and a constituent is prepared. Especially the art to the base material of the constituent of this invention is not restricted, either, but a good water-repellent finish can be performed that what is necessary is just to apply uniformly by a spray coat, the dipping, the wiping, the brush coating, \*\*\*\*\*, etc., without carrying out heating etc.

[0014]

[Effect of the Invention] without the water-repellent constituent of this invention heats -- a room temperature -- processing -- it can do -- wiping off -- etc. -- it is not necessary to also carry out after treatment, and has the characteristic feature that the good water repellence excellent in durability can be given The field of view of glass is kept good and the glass processed using the water repellent of this invention is especially useful as a water repellent for the window glass of an automobile, in order that the waterdrop which shows good water repellence and is further produced on a front face may fall easily.

[0015]

[Example] An example explains this invention in detail below. In addition, in an example, the section shows the weight section and % shows weight %.

Example 1 isopropyl alcohol It is heptadecafluorodecyl trimethoxysilane  $[\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3]$  as a fluoro silane to the 100 sections. Add the 1.5 sections and it mixes. Furthermore, it is  $[\text{HO}(\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O})_{10}\text{H}]$  as a both-ends siloxane diol. The 0.5 sections were added, further, as a catalyst, the nitric-acid water (2.38% aqueous solution) 0.67 section was added (considering as the amount of nitric acids 0.015 sections), heating reflux was performed at 80 degrees C for 3 hours, and the constituent was prepared. The glass substrate was immersed and applied to the obtained constituent, air-drying was performed for 5 minutes at the room temperature, and the water-repellent-finish glass plate was created. Waterdrop was put on this water-repellent-finish glass plate, the initial-contact angle and the fall tilt angle were measured by the measuring device (the product made from Consonance Science, CA-A type), and water repellence was evaluated. Moreover, \*\*\*\*\* put the water-repellent-finish glass plate on the slant face which made \*\*\*\* incline at 30 degrees, and the amount of waterdrop when waterdrop begins to roll was measured. A result is shown in Table 2.

[0016] Moreover, the endurance of a coating coat was measured by the wiper sliding durability test. A result is shown in Table 2.

A [wiper sliding durability-test] wiper pushes, \*\* is set [ cm ] up in 15g /, the water-repellent-finish glass plate after examining on the slant face which it slid [ slant face ] 20,000 times and made 30 degrees incline after that is carried, spraying water, and the amount of waterdrop in which waterdrop began to roll is measured.

[0017] The processing agent was prepared like the example 1 by the composition shown in two to example 11 table 1, and water repellence was evaluated similarly. A result is shown in Table 2.

[0018] example of comparison 1 component (B) A both-ends siloxane diol is not added. it is -- Isopropyl alcohol It is heptadecafluorodecyl trimethoxysilane  $[\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3]$  as a fluoro silane to the 100 sections. Add the 2.0 sections and it mixes. Furthermore, as a catalyst, the nitric-acid water (2.38% aqueous solution) 0.67 section was added (considering as the amount of nitric acids 0.015 section), heating reflux was performed at 80 degrees C for 3 hours, and the constituent was prepared. The glass substrate was immersed and applied to the obtained constituent, air-drying was performed for 5 minutes at the room temperature, the water-repellent-finish glass plate was created and water-repellent evaluation was performed like the example 1. A result is shown in Table 2.

[0019] As an example of comparison 2 fluoro silane, it is heptadecafluorodecyl trimethoxysilane  $[\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3]$ . It is  $[\text{HO}(\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O})_{10}\text{H}]$  as the 8.0 sections and a both-ends siloxane diol. It considered as the 4.0 sections, and also the processing agent was prepared like the example 1, and water repellence was evaluated similarly. A result is shown in Table 2.

[0020] As an example of comparison 3 fluoro silane, it is heptadecafluorodecyl trimethoxysilane  $[\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3]$ . It is  $[\text{HO}(\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O})_{10}\text{H}]$  as the 1.0 sections and a both-ends siloxane diol. It considered as the 7.0 sections, and also the processing agent was prepared like the example 1, and water repellence was evaluated similarly. A result is shown in Table 2.

[0021]

[Table 1]

		実 施 例											比 較 例		
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	1	2	3
組	$CF_3(CF_2)_7CH_2CH_2Si(CH_3)_3$	1.5	1.0	0.5	1.5	1.0			3.0	1.5	0.05	4.0	2.0	8.0	1.0
	(A) $CF_3(CF_2)_9CH_2CH_2Si(CH_3)_3$						1.5								
	$CF_3(CF_2)_9CH_2CH_2Si(CH_3)(OCF_3)_2$							1.5							
	(B) $EO(Si(CH_3)_2)_8H$	0.5	1.0	1.5			0.5	0.5	1.0	0.5	0.05	4.0		4.0	7.0
成	$EO(Si(CH_3)_2)_8H$				0.5	1.0									
	(C) イソプロピルアルコール	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
(D) 珪酸		0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.05	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015

添加量は全て重量部である。

[0022]

[Table 2]

	実 施 例											比 較 例		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	1	2	3
初期接触角	112	110	107	113	108	106	110	113	110	105	110	110	108	100
初期水滴転がり性	25	25	15	25	20	25	25	25	25	25	25	40	30	15
溜動後水滴転がり性	40	40	35	40	37	40	40	40	40	40	40	50	50	50

単位 接触角 (°)

水滴転がり性 (μℓ)

[Translation done.]